

Public Inspection Document
DE 3934024 A1

Federal
Republic of
Germany

SEAL

German
Patent Office

Registration No. P 39 34 024 4
Registration Date: Dec 10th, 1989
Day of Public Inspection: April 18th, 1991

Registered By:
Wildanger, Hans-Jörg, 6620 Völklingen, Germany

Inventor:
see Registrant

Printed documents to be considered to
judge patent qualifications:

DE -AS 23 02 448
DE-OS 36 04 107 A1
DE-OS 22 37 264
DE-OS 19 55 457
DE 85 01 719 U1
US 40 90 263
US 40 54 270
US 37 93 585

US Z: OSMO, E.,
et. al.: The Measurement of the Piston Velocity of a Hydraulic Actuator. In: *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*. Vol 38, No. 3, June 1989, p 815-819.
DE-Brochure: Company Hook & Tucker Instruments, Ltd, with regards to dosing device
"CompuDil", April 1984.

Device For Reproducible Addition Of Liquids To Liquid Samples In Automatic Analysis Systems

To simplify the exactly reproducible, multi-option addition of liquids to liquid samples or sample solutions for automatic quantitative chemical analysis in a measuring device, a stirring device is integrated into a dosing syringe. The stirring device results in a complete blending of all successively absorbed liquids; the total volume of the liquids are determined by the length of stroke in the syringe.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

Description

The object of the invention is a device for the exact reproducible, multi-option addition of liquids to liquid samples or sample solutions, particularly for the purpose of automatic quantitative chemical analysis in a measuring device of existing type.

Different steps in the preparation of samples for the analysis of liquid samples require exactly reproducible additions, such as dilutions, inner standards or reagents for a subsequent quantitative analysis. In all such cases, additions have to be reproducible, since the exactness of the result depends to a high degree on the exactitude of the additions.

It is a known practice for automatic analytical systems to exactly measure sample and additional liquids with a dosing syringe into a container. The liquids are mixed by shaking or a similar process, then drawn up with a syringe and transferred to the measuring device. The mixing container is usually discarded; each new analysis requires a new container.

For this process, it is necessary to provide a sufficient number of containers, and in addition, a device is required to transport containers or hoses. Feeding the measuring device with containers has to be done manually, unless the containers are rinsed and dried automatically, which requires a substantial construction effort.

The invention is based on the task to decrease the expenditure for automatic dilution and to eliminate the use of large quantities of containers.

The invention solves this task by integrating a stirring device into the dosing syringe. The stirring device results in a complete blending of all successively absorbed liquids; the total volume of the liquids is determined by the length of stroke in the injector. After the blending process, the content of the syringe is transferred into the actual measuring device by squirting. Before work on the next sample can begin, the syringe is rinsed with a liquid required in the next work step or a correction is calculated for the next sample from the known concentration in the syringe and the also known remaining volume.

The advantages of the invention over currently used methods are:

- a) Elimination of a transport device for containers and hoses.
- b) No provision of containers or rinsing and drying of containers is necessary.
- c) Intense and fast blending by way of the integrated stirring device.

One application example of the invention is shown in the drawing and will be described in more detail in the following description.

Assembly: The cylinder 1 of a dosing syringe contains a piston 2 and a stirring device 3. The shape of the stirring device is such that the inside of the syringe is almost completely filled when the piston is fully extended, while the stirring device can still be easily turned and the risk of jamming is low. The stirring body contains a cylinder shaped permanent magnet 4. Inside of the hollow piston 2, another permanent magnet 6 is mounted on the shaft of an electric motor 5. The piston can be adjusted with the position drive 7, while the stirring device stays in its position on the piston by way of its own weight and the attractive power of the magnets. Attached to the syringe is hose 8, which is connected to driving element 9 through a multiple way valve. Suction hoses 10 (liquid 1) and 11 (liquid 2) and the discharge hose 12 (connected to the measuring device) are attached to that multiple way valve. Position drive 7 and the multiple way valve 9 as well as the electric motor 5 are connected to the control system (not shown).

Function: At the beginning of the blending process, the piston is in its uppermost position. The electric motor 5 drives the stirring device through the magnetic clutch formed by the permanent magnets 4 and 6. Through repeated suction and discharge of liquid 1, the remaining volume is replaced by liquid 1, with the piston in its lowest setting. Then, the desired volume of liquid 2 and subsequently, that of liquid 1 is suctioned in. The rapidly turning stirring device blends the two liquids, the mixture is squirted into the measuring device and the next blending process is ready to start.

Patent Claim

Device for the exactly reproducible, multi-option addition of liquids to liquid samples or sample solutions, especially for the purpose of automatic quantitative chemical analysis in a measuring device of existing type, particularly characterized by the stirring device integrated into the dosing syringe, which results in a complete blending of sequentially suctioned liquids, whose volume is determined by the length of stroke in the syringe.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

(12) **Offenlegungsschrift**
(11) **DE 39 34 024 A1**

(51) Int. Cl. 5:

G 01 N 1/10

G 01 F 11/06

G 01 N 35/00

B 01 F 13/08

X

- (21) Aktenzeichen: P 39 34 024.4
(22) Anmeldetag: 12. 10. 89
(43) Offenlegungstag: 18. 4. 91

(71) Anmelder:
Wildanger, Hans-Jörg, 6620 Völklingen, DE

(72) Erfinder:
gleich Anmelder

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit
in Betracht zu ziehende Druckschriften:

DE-AS 23 02 448
DE-OS 35 04 107 A1
DE-OS 22 37 264
DE-OS 19 55 457
DE 85 01 719 U1
US 40 90 263
US 40 54 270
US 37 93 886

US-Z: OSMO, E.;
et al.: The Measurement of the Piston Velocity of a
Hydraulic Actuator. In: IEEE Transactions on

Instrumentation and Measurement, Vol. 38, No. 3,
June 1989, S. 815-819;
- DE-Prospekt: Fa. Hook & Tucker Instruments,
Limited, betreffend Dosiergerät »CompuDil«,
April 1984;

(54) Vorrichtung zur reproduzierbaren Zumischung von Flüssigkeiten zu flüssigen Proben in automatischen
Analysesystemen

Zur Vereinfachung der genau reproduzierbaren, in weiten
Grenzen wählbaren Zumischung von Flüssigkeiten zu flüssi-
gen Proben oder Probelösungen für die automatische quan-
titative chemischen Analyse in einem nachgeschalteten
Meßgerät wird in eine Dosierspritze eine Rührvorrichtung
integriert, die eine vollständige Durchmischung der nach-
einander eingesaugten Flüssigkeiten bewirkt, wobei die
Volumina der Flüssigkeiten durch den jeweiligen Hub der
Dosierspritze festgelegt sind.

DE 39 34 024 A1

Beschreibung

Gegenstand der Erfindung ist eine Vorrichtung zur genau reproduzierbaren, in weiten Grenzen wählbaren Zumischung von Flüssigkeiten zu flüssigen Proben oder Probelösungen insbesondere zum Zwecke der automatischen quantitativen chemischen Analyse in einem nachgeschalteten Meßgerät bekannter Bauart.

Verschiedene Schritte in der Probenvorbereitung für die Analyse flüssiger Proben erfordern genau reproduzierbare Zumischungen wie Verdünnung, Hinzufügen eines inneren Standards oder Zugabe von Reagenzien für die nachfolgende quantitative Bestimmung. In allen diesen Fällen muß die Zumischung reproduzierbar erfolgen, da die Genauigkeit des Ergebnisses stark von der Genauigkeit der Zumischung beeinflußt wird.

Es ist bekannt, für diesen Zweck in automatisch arbeitenden Analysensystemen Probe und Zumischflüssigkeiten mit Hilfe von Dosierspritzen genau in ein bereitgestelltes Gefäß abzumessen. Die Flüssigkeiten werden dann durch Schütteln oder ähnliche Vorgänge gemischt, anschließend mit einer Spritze angesaugt und in die Meßeinrichtung überführt. Das Mischgefäß wird in der Regel verworfen; für jede Analyse wird ein neues Gefäß benötigt.

Dabei ist es allerdings nötig, eine genügende Anzahl von Gefäßen bereitzustellen; darüber hinaus ist eine Vorrichtung notwendig, die die Gefäße oder die Schläuche transportiert. Für die Versorgung des Geräts mit Gefäßen ist ein manueller Eingriff notwendig, es sei denn, die Gefäße werden automatisch gespült und getrocknet, was einen erheblichen konstruktiven Aufwand erfordert.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, den Aufwand bei der automatischen Verdünnung zu verringern 35 und insbesondere die Bereitstellung einer größeren Anzahl von Verdünnungsgefäßen zu vermeiden.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß in den Innenraum einer Dosierspritze eine Rührvorrichtung integriert ist, die eine vollständige Durchmischung der nacheinander angesaugten Flüssigkeiten bewirkt, deren Volumina durch den jeweiligen Hub der Dosierspritze festgelegt sind. Nach dem Mischen wird der Spritzeninhalt durch Ausdrücken in das eigentliche Meßgerät überführt. Vor dem Bearbeiten der nächsten 45 Probe wird die Spritze mit einer der für den nächsten Arbeitsvorgang erforderlichen Flüssigkeiten gespült oder es wird aus der bekannten Konzentration in der Spritze und dem gleichfalls bekannten Restvolumen eine Korrektur für die Bestimmung der nächsten Probe berechnet.

Die Vorteile dieser Erfindung gegenüber dem herkömmlichen Verfahren sind:

- a) Wegfall einer Transportvorrichtung für die Gefäße bzw. die Schläuche.
- b) Kein Bereitstellen oder Spülen und Trocknen von Gefäßen.
- c) Intensive und schnelle Durchmischung durch die integrierte Rührvorrichtung.

fast völlig ausgefüllt wird, sich aber andererseits der Rührkörper noch leicht drehen läßt und die Gefahr des Verklemmens gering ist. In diesem Rührkörper befindet sich ein zylindrischer Permanentmagnet 4. In dem innen hohlen Kolben 2 ist auf der Welle eines Elektromotors 5 ein weiterer Permanentmagnet 6 befestigt. Der Kolben kann mit einem Positionierantrieb 7 feinfühlig verfahren werden, wobei der Rührkörper durch sein Gewicht und durch die Anziehung der Magnete seine Position auf dem Kolben beibehält. An der Spritze ist ein Schlauch 8 angeschlossen, der mit einem Mehrwegeventil mit Antrieb 9 verbunden ist. An diesem Mehrwegeventil sind weiter die Ansaugschläuche 10 (Flüssigkeit 1) und 11 (Flüssigkeit 2) und der Ausstoßschlauch 12 (verbunden mit dem Meßgerät) angeschlossen. Positionierantrieb 7 und Mehrwegeventil 9 sowie der Elektromotor 5 sind mit der Steuerung (nicht gezeichnet) verbunden.

Funktion: Zu Beginn des Zumischvorgangs befindet sich der Kolben in der obersten Position, der Elektromotor 5 treibt durch die aus den beiden Permanentmagneten 4 und 6 gebildete Magnetkupplung den Rührkörper an. Durch mehrmaliges Ansaugen und Ausstoßen von Flüssigkeit 1 wird das bei eingefahrenem Kolben verbleibende Restvolumen durch Flüssigkeit 1 ersetzt. Dann wird zuerst das gewünschte Volumen von Flüssigkeit 2 und dann das von Flüssigkeit 1 eingesaugt. Der sich schnell drehende Rührkörper mischt die beiden Flüssigkeiten; die Mischung wird in das Meßgerät gedrückt und der nächste Zumischvorgang kann beginnen.

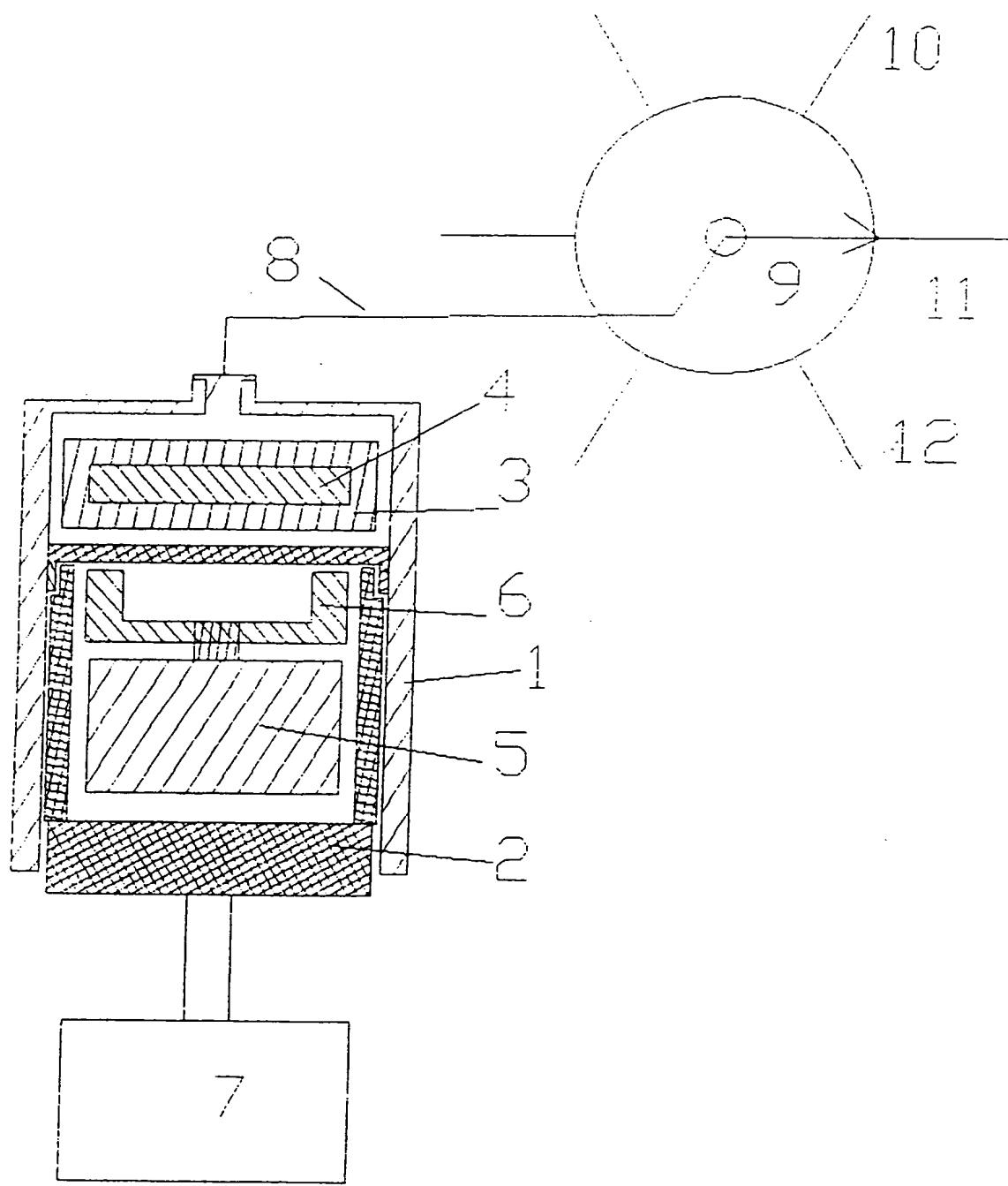
Patentanspruch

Vorrichtung zur genau reproduzierbaren, in weiten Grenzen wählbaren Zumischung von Flüssigkeiten zu flüssigen Proben oder Probelösungen insbesondere zum Zwecke der automatischen quantitativen chemischen Analyse in einem nachgeschalteten Meßgerät bekannter Bauart, dadurch gekennzeichnet, daß in den Innenraum einer Dosierspritze eine Rührvorrichtung integriert ist, die eine vollständige Durchmischung der nacheinander angesaugten, durch den jeweiligen Hub der Dosierspritze festgelegten Volumina bewirkt.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist in der Zeichnung dargestellt und wird im folgenden näher beschrieben.

Aufbau: Im Zylinder 1 einer Dosierspritze befindet sich außer dem Kolben 2 ein Rührkörper 3. Die Form dieses Rührkörpers ist so gewählt, daß einerseits bei ganz eingefahrenem Kolben der Innenraum der Spritze



— Leerseite —